



PATENTSCHRIFT 140 987

Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

Int. Cl.³

(11) 140 987

(44) 09.04.80 3 (51) B 01 J 8/24
C 11 D 11/00

(21) WP B 01 J / 210 340 (22) 05.01.79

siehe (72)

- 2) Mittelstraß, Manfred, Prof. Dr.sc.techn.; Mörl, Lothar, Dr.-Ing.; Künne, Hans-Joachim, Dr.-Ing.; Sachse, Joachim, Dipl.-Ing.; Schmidt, Eberhard, Dr.-Ing.; Schultz, Wolfgang, Dipl.-Chem.; Sieg, Norbert, Dipl.-Chem., DD

(73) siehe (72)

- (74) Ulrich Wolff, VEB Waschmittelwerk Genthin, Bereich Forschung, Gruppe Information und Schutzrechte, 328 Genthin, Hilde-Cppi-Straße 56

- (54) Kontinuierliches Herstellungsverfahren granulierter Wasch- und Reinigungsmittel in Wirbelschichtapparaten

(57) Die Erfindung betrifft ein kontinuierliches Herstellungsverfahren granulierter Wasch- und Reinigungsmittel in Wirbelschichtapparaten. Ziel und Aufgabe ist es, bei geringem Energieeinsatz die Granulierung durch Aufsprühen flüssiger Tenside und Einsatz von Gerüstsubstanzen, insbesondere phase-II-haltigem Pentanatriumtriphosphat, zu gewährleisten, ohne daß an diese besondere qualitative Anforderungen gestellt werden. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die Durchmischung und Granulierung im Arbeitsbereich der inhomogenen Wirbelschicht bei Gasgeschwindigkeiten zwischen der Wirbelpunktgeschwindigkeit der größten und der zehnfachen Austragsgeschwindigkeit der mittleren Teilchen und flächenbezogenen Mengendurchsätze von Gas: 800 bis 2000 kg/hm², Feststoffen: 300 bis 1000 kg/hm², flüssigen Stoffen: 60 bis 200 kg/hm² sowie einer Gastemperatur, vorzugsweise von 25 bis 35 °C, erfolgt. Der Phase-II-Gehalt des Pentanatriumtriphosphats ist größer als 90%, Schüttdichte größer als 700 g/l, vorzugsweise 900 bis 1100 g/l und der Feinkornanteil - Korndurchmesser kleiner 0,2 mm - größer als 70%.

- Fig.1 -



11 Seiten



PATENTSCHRIFT 140 987

Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

Int. Cl.³

- (11) 140 987 (44) 09.04.80 3(51) B 01 J 8/24
C 11 D 11/00
- (21) WP B 01 J / 210 340 (22) 05.01.79

Zur RS Nr. *140.987*.....

ist eine Zweitschrift erschienen.

(Teilweise aufgehoben gem. § 6 Abs. 1 d. Änd. Ges. z. Pat. Ges.)

Dipl.-Chem.; Sieg, Norbert, Dipl.-Chem., DD

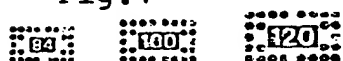
(73) siehe (72)

(74) Ulrich Wolff, VEB Waschmittelwerk Genthin, Bereich Forschung,
Gruppe Information und Schutzrechte, 328 Genthin,
Hilde-Cppi-Straße 56

(54) Kontinuierliches Herstellungsverfahren granulierter Wasch-
und Reinigungsmittel in Wirbelschichtapparaten

(57) Die Erfindung betrifft ein kontinuierliches Herstellungsverfahren granulierter Wasch- und Reinigungsmittel in Wirbelschichtapparaten. Ziel und Aufgabe ist es, bei geringem Energieeinsatz die Granulierung durch Aufsprühen flüssiger Tenside und Einsatz von Gerüstsubstanzen, insbesondere phase-II-haltigem Pentanatriumtriphosphat, zu gewährleisten, ohne daß an diese besondere qualitative Anforderungen gestellt werden. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die Durchmischung und Granulierung im Arbeitsbereich der inhomogenen Wirbelschicht bei Gasgeschwindigkeiten zwischen der Wirbelpunktgeschwindigkeit der größten und der zehnfachen Austragsgeschwindigkeit der mittleren Teilchen und flächenbezogenen Mengendurchsätze von Gas: 800 bis 2000 kg/hm², Feststoffen: 300 bis 1000 kg/hm², flüssigen Stoffen: 60 bis 200 kg/hm² sowie einer Gastemperatur, vorzugsweise von 25 bis 35 °C, erfolgt. Der Phase-II-Gehalt des Pentanatriumtriphosphats ist größer als 90%, Schüttdichte größer als 700 g/l, vorzugsweise 900 bis 1100 g/l und der Feinkornanteil - Korndurchmesser kleiner 0,2 mm - größer als 70%.

- Fig. 1 -



11 Seiten

210 340 -1-

Titel der Erfindung

Kontinuierliches Herstellungsverfahren granulierter Wasch- und Reinigungsmittel in Wirbelschichtapparaten

Anwendungsgebiet

Die Erfindung betrifft ein kontinuierliches Verfahren zur Herstellung granulierter Wasch- und Reinigungsmittel in Wirbelschichtapparaten.

Charakteristik der bekannten technischen Lösung

Es ist bekannt, Waschmittel durch Aufsprühen von flüssigen waschaktiven Substanzen auf die pulverförmigen Gerüstsubstanzen in pneumatischen Mischeinrichtungen herzustellen. Die pulverförmigen Gerüstsubstanzen werden entweder in einem Mischer vorgemischt und dann der pneumatischen Mischeinrichtung zugeführt, oder aus Vorratsbehältern einzeln kontinuierlich dieser zugeführt. Während des pneumatischen Mischprozesses werden die pulverförmigen Gerüstsubstanzen mit den waschaktiven Substanzen besprüht.

Das in den waschaktiven Substanzen enthaltene Wasser muß von den pulverförmigen Gerüstsubstanzen als Kristallwasser gebunden oder durch erhitzte Luft verdampft werden.

Bei den bekannten pneumatischen Mischverfahren können alle in der Waschmittelindustrie üblichen pulverförmigen Gerüst-

substanzen eingesetzt werden, jedoch werden an ihre physikalisch-chemischen Parameter spezielle Anforderungen gestellt. Zur Vermeidung von Inhomogenitäten der Finalprodukte werden Gerüstsubstanzen mit annähernd gleichen Schüttdichten und Korngrößenverteilungen eingesetzt, die zum größten Teil durch Sprühtrocknung hergestellt werden.

Gemäß DE-AS 1283427 enthalten die handelsüblichen Waschmittel ca. 40 - 50 % Pentanatriumtriphosphat, das mit dem eingesetzten Wasser unter heftiger Wärmeentwicklung zum Hexahydrat hydratisiert. Die Bildung des Hexahydrates erfolgt bei phase-II-haltigem Pentanatriumtriphosphat (Korngrößenanteil kleiner 0,2 mm = 30 %) jedoch erst nach dem Verlassen der Mischeinrichtung, so daß eine längere Reifezeit erforderlich ist. Hierbei werden durch die auftretende Wärmeentwicklung thermisch instabile Waschmittelbestandteile wie z. B. Natriumperborat zersetzt. Die Folge hiervon ist eine Verschlechterung des Bleichvermögens. Es ist bekannt, daß zur Vermeidung dieser Schwierigkeiten Pentanatriumtriphosphat mit ca. 40 - 80 Gew. % Phase I und einer Schüttdichte von 550 - 700 g/l in Luftwirbelmischern eingesetzt wird. Aus der AT-PS 297895 ist zu entnehmen, daß die durch Hydratation entstandenen Bindungen der einzelnen Körner zu Granulaten relativ schwach sind, so daß die Endprodukte geringe mechanische Festigkeit aufweisen. Andererseits ist bekannt (SÖFW 102. Jg. 8/76 S. 205 - 208), daß der Einsatz von Pentanatriumtriphosphat möglich ist, wenn das in den flüssigen Rohstoffen enthaltene Wasser durch Heißluft verdampft wird. Nachteilig bei diesem Verfahren wirkt sich aus, daß beim Einsatz von 40 - 50 % Pentanatriumtriphosphat mit einer Schüttdichte von ca. 1000 g/l Endprodukt mit Schüttdichten von ca. 800 g/l erhalten werden. Gleichzeitig gestattet dieses Verfahren lediglich den Einsatz von max. 15 % flüssiger waschaktiver Substanz. Ferner ist der relativ hohe Energieverbrauch bei Verwendung von Heißluft unökonomisch.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht darin, ein kontinuierliches Herstellungsverfahren für granuliertte Wasch- und Reinigungsmittel in Wirbelschichtapparaten zu schaffen. Die besonderen Vorteile der Erfindung sind darin zu sehen, daß an die verwendeten Gerüstsubstanzen, insbesondere Pentanatriumtriphosphat, keine besonderen qualitativen Anforderungen gestellt werden, der Energieverbrauch relativ gering ist, durch den hohen Turbulenzgrad sich stabile Granulate bilden, wodurch das Endprodukt eine hohe mechanische Festigkeit besitzt und die Schüttdichte sowie die Korngrößenverteilung gut regulierbar sind.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Die Aufgabe der Erfindung besteht darin, ein kontinuierliches Herstellungsverfahren granulierter Wasch- und Reinigungsmittel in Wirbelschichtapparaten zu entwickeln, das bei sparsamem Energieverbrauch die Verarbeitung von pulverförmigen Gerüstsubstanzen, insbesondere Pentanatriumtriphosphat gewährleistet, ohne daß an diese besondere qualitative Anforderungen bezüglich chemischer und physikalischer Eigenschaften gestellt werden. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß bei der Durchmischung und Granulierung der pulverförmigen Wasch- und Reinigungsmittelbestandteile im Wirbelschichtapparat während des Aufsprühens von flüssigen waschaktiven Substanzen Gasgeschwindigkeiten im Arbeitsbereich der inhomogenen Wirbelschicht eingestellt werden, die zwischen der Wirbelpunktgeschwindigkeit der größten Teilchen und der zehnfachen Austragsgeschwindigkeit der mittleren Teilchen liegen. Eine intensive Durchmischung und Granulierung wird besonders dann erreicht, wenn die flächenbezogenen Durchsatzmengen des den Wirbelschichtapparat durchströmenden Gases 800 bis 2000 kg/hm², der pulverförmigen Feststoffe 300 bis 1000 kg/hm² und der aufgesprühten flüssigen Stoffe 60 bis 200 kg/hm²

betragen. Im Hinblick auf einen sparsamen Energieverbrauch hat es sich als vorteilhaft erwiesen, daß die Verfahrensdurchführung bei Temperaturen von 10 bis 100 °C, vorzugsweise 25 bis 35 °C erfolgt. Beim Einsatz von Nonionics ist es empfehlenswert, diese bereits während des Vormischprozesses der pulverförmigen Gerüstsubstanzen einzuarbeiten. Als flüssige waschaktive Substanzen können vorzugsweise verzweigte und/oder gradkettige Alkylarylsulfonate sowie gradkettige und/oder verzweigte gesättigte und/oder ungesättigte natürliche und/oder synthetische Seifen und Nonionics sowie deren Gemische oder deren saure Vorprodukte verwendet werden. Gute Granuliereffekte und stabile Endprodukte, die sich durch gute Rieseigenschaften und keine Verklumpungsneigung auszeichnen, erzielt man besonders dann, wenn saure Tensidvorprodukte, insbesondere Alkylbenzolsulfonsäuren und Fettsäuren aufgesprüht werden und diese mittels Alkaliträger, vorzugsweise kalzinierte Soda, neutralisiert werden. Überraschend wurde gefunden, daß Pentanatriumtriphosphat mit einem Phase-II-Gehalt größer als 90 %, dessen Schüttdichte größer als 700 g/l, vorzugsweise 900 bis 1100 g/l, und dessen mengenmäßiger Feinkornanteil - Korndurchmesser kleiner als 0,2 mm - größer als 70 % ist, verwendet werden kann. Neben dem Einsatz von flüssigen waschaktiven Substanzen können auch pulverförmige waschaktive Substanzen, vorzugsweise Seifenpulver, eingesetzt werden.

Ausführungsbeispiele

Das erfindungsgemäße Verfahren soll an Hand einer Zeichnung näher erläutert werden.

Fig. 1: Schematische Darstellung des Verfahrens

Die pulverförmigen Gerüstsubstanzen werden aus einem hier nicht näher beschriebenen Bunkersystem 1 über geeignete Förderorgane 2 einer Schüttwaage 3 zugeführt. Aus der Schüttwaage werden die gewogenen pulverförmigen Gerüstsubstanzen direkt chargenweise in einen an sich bekannten mechanischen Mischer 4 befördert und vermischt. Während des Mischvorganges

werden über eine Dosierpumpe 5 0 - 10 %, vorzugsweise 1 - 5 %, an flüssiger waschaktiver Substanz und/oder Mischungen mehrerer waschaktiver Substanzen, vorzugsweise Nonionics, die aus einem hier nicht näher beschriebenen System von Vorrats- und Mischbehältern 6 entnommen werden, zudosiert. Aus dem Mischer 4 gelangen die gemischten pulverförmigen Gerüstsubstanzen über geeignete Förderorgane 7 in den Zwischenbunker 8 und aus diesem über eine Zellenradschleuse 9 und eine Dosierbandwaage 10 in den Aufgabetrichter einer Transportschnecke 11 und einer Zellenradschleuse 12. Mittels der Transportschnecke werden die gemischten pulverförmigen Gerüstsubstanzen in eine pneumatische Eintrags- und Austragsvorrichtung 13 und damit in den Wirbelschichtapparat 14 eingebracht. Oberhalb des Anströmbodens 15 werden die pulverförmigen Gerüstsubstanzen durch den Gasstrom 16, der durch ein Gebläse 17 erzeugt und über eine Regeleinrichtung 18 gesteuert wird, in der Schwebelage gehalten und intensiv durchmischt. Während des Mischvorganges werden durch eine oder mehrere an sich bekannte Aufsprüheinrichtungen 19 5 - 30 %, vorzugsweise 12 - 17 %, einer flüssigen waschaktiven Substanz oder Gemische aus flüssigen waschaktiven Substanzen oder deren sauren Vorprodukte, vorzugsweise Alkylbenzolsulfonsäuren und Fettsäuren, oder deren Gemische, mittels einer Dosierpumpe 20 aus einem hier nicht näher beschriebenen System von Vorrats- und Mischbehältern 6 entnommen, die über einen Druckkonstanthalter 21 den Aufsprüheinrichtungen 19 zugeführt werden, auf die pulverförmigen Gerüstsubstanzen aufgesprüht. Während der intensiven Durchmischung in der Wirbelkammer 22 werden die pulverförmigen Gerüstsubstanzen mittels der aufgesprühten flüssigen waschaktiven Substanzen granuliert. Die gebildeten Granulate werden über eine pneumatische Ein- und Austragsvorrichtung 12 und eine Zellenradschleuse 23 aus dem Wirbelschichtapparat ausgetragen und über geeignete Förderorgane 24 abtransportiert.

Der den Wirbelschichtapparat im Oberteil verlassende Luftstrom wird einem oder mehreren Zyklonen 25 zugeführt, von den mitgerissenen Staubteilchen befreit und in die Atmosphäre ab-

geleitet. Die im Zyklon 25 abgeschiedenen Staubteilchen werden über eine Zellenradschleuse 26 der Transportschnecke 11 zugeführt und durch diese zusammen mit den gemischten pulverförmigen Gerüstsubstanzen erneut in den Wirbelschichtapparat eingebracht.

Die nachfolgenden Beispiele sollen die erfindungsgemäße Arbeitsweise weiter erläutern.

Beispiel 1

- 85 % eines Gemisches, bestehend aus
 - 40 % Pentanatriumtriphosphat
Schüttdichte 1000 g/l 80 % kleiner als
0,2 mm, Phase-II-Gehalt 95 %
 - 10 % Soda calc.
 - 25,8 % Natriumsulfat
 - 14 % Natriumperborat
 - 4 % Natriumdisilikat
 - 3 % Magnesiumsilikat
 - 1 % CMC
 - 0,2 % opt. Aufheller
 - 2 % Nonionics

werden kontinuierlich dem Wirbelschichtapparat zugeführt. Auf das Gemisch werden 15 % eines Gemisches, bestehend aus 10 Teilen Dodecylbenzolsulfonsäure und 7 Teilen Fettsäure aufgesprüht. Es wird ein staubfreies rieselfähiges Waschmittel mit einer Schüttdichte von 530 g/l erhalten.

Beispiel 2

- 83 % eines Gemisches, bestehend aus
 - 40 % Pentanatriumtriphosphat
Schüttdichte 1000 g/l, 80 % kleiner als
0,2 mm, Phase-II-Gehalt 95 %
 - 10 % Soda calc.
 - 15,3 % Natriumsulfat
 - 10 % Seifenpulver
 - 6 % Natriumdisilikat
 - 3 % Magnesiumsulfat

- 1 % CMC
- 0,2 % opt. Aufheller
- 14 % Natriumperborat

werden kontinuierlich dem Wirbelschichtapparat zugeführt und 17 % Dodecylbenzolsulfonsäure aufgesprüht. Es wird ein staubfreies rieselfähiges Waschmittel mit einer Schüttdichte von 580 g/l erhalten.

Beispiel 3

- 83 % eines Gemisches, bestehend aus
 - 45 % Natriumtripolyphosphat
 - Schüttdichte 1000 g/l, 80 % kleiner als 0,2 mm, Phase-II-Gehalt 95 %
- 10 % Soda calc.
- 26,8 % Natriumsulfat
- 5 % Seifenpulver
- 9 % Natriumdisilikat
- 3 % Magnesiumsulfat
- 1 % CMC
- 0,2 % opt. Aufheller

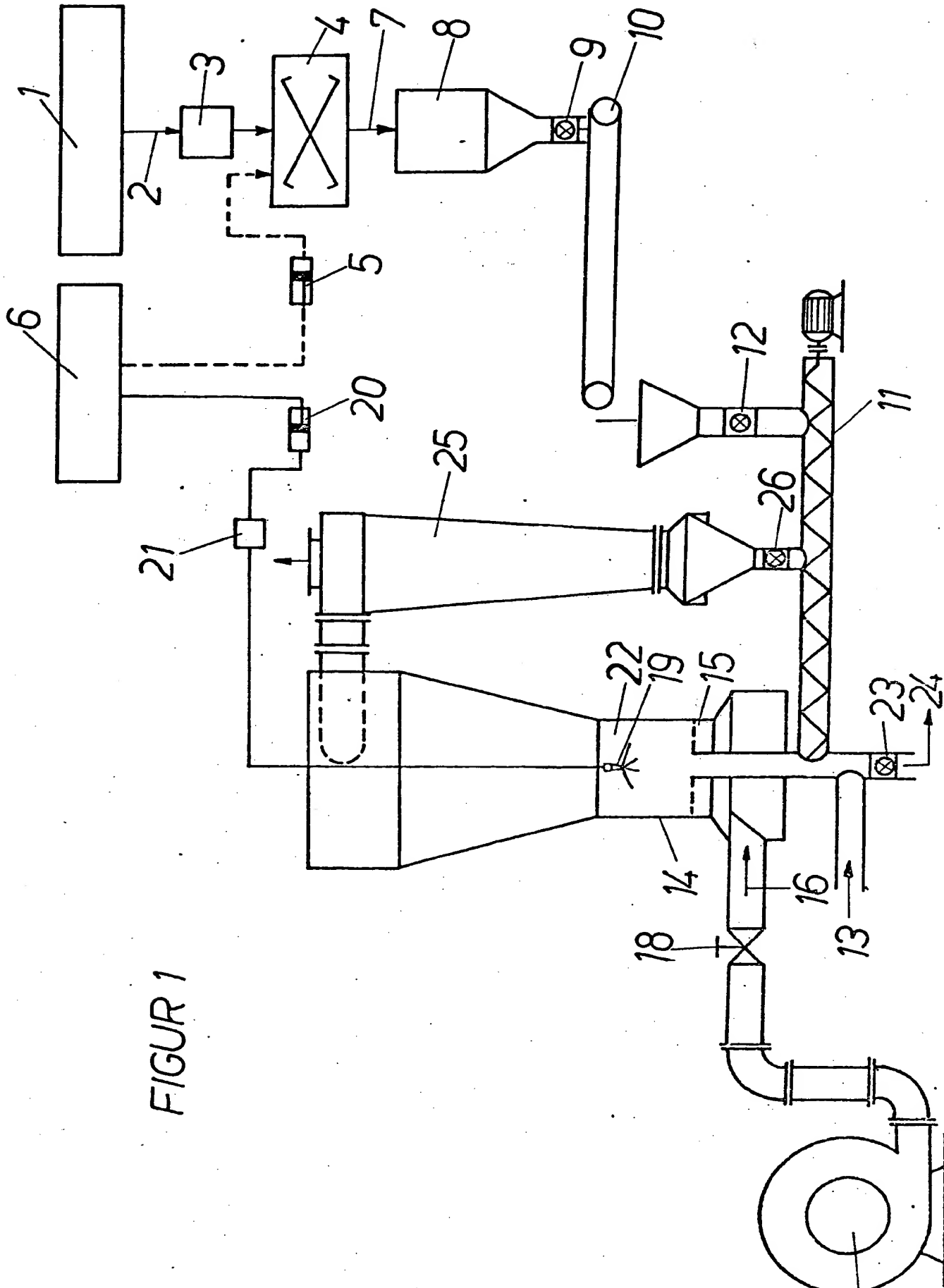
werden kontinuierlich dem Wirbelschichtapparat zugeführt und 14 % eines Gemisches, bestehend aus 10 Teilen Dodecylbenzolsulfonsäure und 5 Teilchen Fettsäure sowie 3 % Nonionics aufgesprüht. Es wird ein staubfreies rieselfähiges Waschmittel mit einer Schüttdichte von 550 g/l erhalten.

Erfindungsansprüche

1. Kontinuierliches Herstellungsverfahren granulierter Wasch- und Reinigungsmittel in Wirbelschichtapparaten, dadurch gekennzeichnet, daß bei der Durchmischung und Granulierung der pulverförmigen Wasch- und Reinigungsmittel Gasgeschwindigkeiten im Arbeitsbereich der inhomogenen Wirbelschicht, die zwischen der Wirbelpunktgeschwindigkeit der größten Teilchen und der zehnfachen Austragsgeschwindigkeit der mittleren Teilchen liegen, eingestellt werden.
2. Verfahren nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, daß die flächenbezogenen Mengendurchsätze von Gas: 800 bis 2000 kg/hm², Feststoffen: 300 bis 1000 kg/hm² und flüssigen Stoffen: 60 bis 200 kg/hm² eingehalten werden.
3. Verfahren nach Punkt 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß das den Wirbelschichtapparat durchströmende Gas mit einer Temperatur von 10 bis 100 °C, vorzugsweise 25 bis 35 °C, eingeführt wird.
4. Verfahren nach Punkt 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die flüssigen waschaktiven Substanzen, vorzugsweise Nonionics und/oder saure Tensidvorprodukte, auf die pulverförmigen Gerüstsubstanzen, die insbesondere Pentanatriumtriphosphat mit einem Phase-II-Gehalt größer als 90 % enthalten, aufgesprüht werden.
5. Verfahren nach Punkt 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das verwendete phase-II-haltige Pentanatriumtriphosphat eine Schüttdichte größer als 700 g/l, vorzugsweise 900 bis 1100 g/l und einen mengenmäßigen Feinkornanteil - Korndurchmesser kleiner als 0,2 mm - größer als 70 % aufweist.

6. Verfahren nach Punkt 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß neben den flüssigen waschaktiven Substanzen auch pulverförmige waschaktive Substanzen, vorzugsweise Seifenpulver, verwendet werden.

Hierzu 1 Blatt Zeichnungen



FIGUR 1